

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Ritsuko YAMAZAKI

GAU:

SERIAL NO: NEW APPLICATION

EXAMINER:

FILED: HEREWITH

FOR: SKIN CLEANSING COMPOSITION

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e):
- | <u>Application No.</u> | <u>Date Filed</u> |
|------------------------|-------------------|
|------------------------|-------------------|

- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

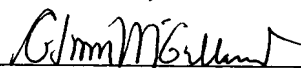
<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
Japan	2002-212973	July 22, 2002
Japan	2003-054842	February 28, 2003
Japan	2003-121942	April 25, 2003

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number
- Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
- ☐ (B) Application Serial No.(s)
- ☐ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.



Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

C. Irvin McClelland
Registration Number 21,124



22850

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2002年 7月22日

出 願 番 号

Application Number:

特願2002-212973

[ST.10/C]:

[JP2002-212973]

出 願 人

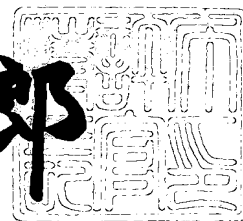
Applicant(s):

花王株式会社

2003年 6月30日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3051745

【書類名】 特許願

【整理番号】 020291

【提出日】 平成14年 7月22日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 A61K 7/50

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都墨田区文花 2 - 1 - 3 花王株式会社研究所内

 【氏名】 山崎 律子

【特許出願人】

 【識別番号】 000000918

 【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100104499

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 岸本 達人

 【電話番号】 03-5524-2323

【選任した代理人】

 【識別番号】 100108800

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 星野 哲郎

 【電話番号】 03-5524-2323

【選任した代理人】

 【識別番号】 100101203

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 山下 昭彦

 【電話番号】 03-5524-2323

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 131935

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0209535

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 皮膚洗浄剤組成物

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 アニオン性界面活性剤、カチオン性高分子及び化粧用顔料粉体を含む皮膚洗浄剤組成物。

【請求項 2】 前記アニオン性界面活性剤が、アルキル硫酸塩、アルキルエーテル硫酸塩、脂肪酸石鹸、モノアルキルリン酸エステル塩、アシルグルタミン酸塩、及びアシルイセチオン酸塩よりなる群から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 1 に記載の皮膚洗浄剤組成物。

【請求項 3】 前記カチオン性高分子が、ジメチルジアリルアンモニウムクロリドのホモポリマー又はコポリマー、カチオン化セルロース、及びカチオン化グアガムよりなる群から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 1 又は 2 に記載の皮膚洗浄剤組成物。

【請求項 4】 前記アニオン性界面活性剤を 5 ～ 4 0 重量%、前記カチオン性高分子を 0 . 5 ～ 2 0 重量%、及び前記化粧用顔料粉体を 0 . 1 ～ 2 0 重量%の割合で含む、請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の皮膚洗浄剤組成物。

【請求項 5】 前記化粧用顔料粉体が、板状粉体である請求項 1 乃至 4 のいずれかに記載の皮膚洗浄剤組成物。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、皮膚洗浄剤組成物に関し、詳しくは、皮膚洗浄力があると共に、洗浄後の皮膚に組成物中の粉体を残留させ、色彩、光沢、質感等の外観を変化又は調整することができる皮膚洗浄剤組成物に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

一般に、化粧の手順としては、石鹸等の洗浄剤を用いて皮膚を洗浄し、必要に応じて化粧水等により肌質を整えた後、ファンデーション等のメイクアップ化粧料を用いて所望の色彩、光沢、質感等の外観に仕上げるが行われる。従って

、化粧前の皮膚洗浄は、化粧の基本手順の一つである。

【 0 0 0 3 】

従来は、皮膚の洗浄と、ファンデーションやポイントメイク化粧料による外観の制御は別の手順として行われ、これらを同時並行又は一動作で完了させることは行なわれていない。

【 0 0 0 4 】

例えば、特公昭 4 5 - 1 4 9 0 4 号公報には、（１）有機表面活性剤と、（２）ポリエチレンイミン系水溶性カチオン重合体と、（３）２－ピリジンチオール－１－オキサイドの粉状重金属塩を含有する洗浄剤組成物が開示され、抗菌抗ふけ剤である２－ピリジンチオール－１－オキサイドの重金属塩粒子の表面沈着と把持が増強されることが開示されている。しかしながら、この洗浄剤組成物は上記抗菌抗ふけ効果を目的としたシャンプー用途であり、顔面等メイクアップを行なう部分の皮膚を洗浄するものではない。

【 0 0 0 5 】

また、特開昭 5 8 - 1 9 6 3 0 0 号公報には、（１）陰イオン性界面活性剤と、（２）非セルロース系水溶性カチオン性高分子と、（３）水不溶性粒子（抗微生物剤固体粒子または乳化オイル粒子）を含有する水性ウォッシング組成物が開示され、従来の陰イオン性界面活性剤とカチオン性高分子を含有する洗浄剤では、陰イオン性界面活性剤とカチオン性高分子が錯体を形成する（Norda Briefs, No.464, 1975年2月）ことをふまえ、組成物中では上記錯体を析出させないで水不溶性粒子の洗浄表面への沈着を増強させることが開示されている。しかしながら、この水性ウォッシング組成物も、先に述べた特公昭 4 5 - 1 4 9 0 4 号の洗浄剤組成物と同様、シャンプー用途の洗浄剤であって、毛髪のない部分の皮膚を洗浄するものではないし、この水性ウォッシング組成物を用いて洗浄した部分に沈着する水不溶性粒子は抗微生物作用やヘアコンディショニング効果を付与するためのものであり、皮膚の外観を変えるものではない。

【 0 0 0 6 】

【発明が解決しようとする課題】

従って本発明の目的は、皮膚洗浄力があり、皮脂汚れ等皮膚上の汚れを洗い落

とすることができると共に、洗浄後の皮膚に、化粧効果を意図した粉体を残留させ、色彩、光沢、質感等の皮膚の外観を変化又は調整する機能を併せ持つ皮膚洗浄剤組成物を提供することにある。

【 0 0 0 7 】

【課題を解決するための手段】

発明者は、アニオン性界面活性剤、カチオン性高分子及び化粧用顔料粉体を含有する皮膚洗浄剤組成物が、上記課題を解決できることを見出した。

【 0 0 0 8 】

【発明の実施の形態】

本発明に係る皮膚洗浄剤組成物は、アニオン性界面活性剤、カチオン性高分子及び化粧用顔料粉体を必須成分として含有する組成物であり、アニオン性界面活性剤とカチオン性高分子が溶解した水溶液に化粧用顔料粉体が分散した懸濁液の形態のほか、油性成分を配合する場合には、アニオン性界面活性剤とカチオン性高分子が溶解した水相に、化粧用顔料粉体と油滴が分散した分散液ないし乳化液として調製することができる。

【 0 0 0 9 】

この皮膚洗浄剤組成物は、洗浄力を有すると共に、多量の水ですすぐ際にアニオン性界面活性剤とカチオン性高分子の複合体、アニオン性界面活性剤又はカチオン性高分子のいずれか一つ以上が皮膚上に析出し、これらの析出物に同伴されて化粧用顔料粉体が効率良く皮膚上に残留し、皮膚の外観を変化させる。

【 0 0 1 0 】

アニオン性界面活性剤は、本発明に係る皮膚洗浄剤組成物の主要な洗浄成分である。本発明において使用できるアニオン性界面活性剤としては、アルキル硫酸塩、アルキルエーテル硫酸塩、脂肪酸石鹼、モノアルキルリン酸エステル塩、アシルグルタミン酸塩、アシルイセチオン酸塩が好ましく、その中でも特に、モノアルキルリン酸エステル塩、アシルグルタミン酸塩、脂肪酸石鹼が、皮膚に付着性を有する複合体を形成しやすい点から好ましく、また、皮膚への刺激が低い点から、モノアルキルリン酸エステル塩、アシルグルタミン酸塩がさらに好ましい。各アニオン性界面活性剤において疎水部（アルキル基又はアシル基）は、炭素

数 1 2 ～ 1 8 のものが好ましい。

【 0 0 1 1 】

これらは、ナトリウム塩のほか、カリウム塩、アンモニウム塩もしくは低級アルカノールアミン（例えばモノ、ジ、トリエタノールアミン）塩等の形態でも使用できる。

【 0 0 1 2 】

具体的には、アルキル硫酸塩としては、ラウリル硫酸ナトリウム塩、ミリスチル硫酸ナトリウム塩、パルミチル硫酸ナトリウム塩等；アルキルエーテル硫酸塩としては、ラウリルエーテル硫酸ナトリウム塩、ミリスチルエーテル硫酸ナトリウム塩、パルミチルエーテル硫酸ナトリウム塩等；脂肪酸石鹼としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸のナトリウム塩、カリウム塩、トリエタノールアミン塩、アルギニン塩等；モノアルキルリン酸エステル塩としては、モノラウリルリン酸のナトリウム塩、カリウム塩、トリエタノールアミン塩、アルギニン塩等；アシルグルタミン酸塩としては、ココイルグルタミン酸、ラウロイルグルタミン酸、ミリストイルグルタミン酸のナトリウム塩、カリウム塩、トリエタノールアミン塩、アルギニン塩等；アシルイセチオン酸塩としては、ココイルイセチオン酸、ラウロイルイセチオン酸のナトリウム塩、カリウム塩、トリエタノールアミン塩、アルギニン塩等、を例示できる。

【 0 0 1 3 】

アニオン性界面活性剤の含有量は、通常、皮膚洗浄剤組成物の全重量に対して 5 重量%～4 0 重量%とし、充分な洗浄効果を得る点から 1 0 重量%以上、特に 1 5 重量%以上とすることが好ましく、洗浄効果以外の点から他成分との量的バランスを考慮し、3 5 重量%以下、特に 3 0 重量%以下とすることが好ましい。

【 0 0 1 4 】

カチオン性高分子は、本発明に係る皮膚洗浄剤組成物に洗浄後の粉体残留性を付与するために必要な成分である。アニオン性界面活性剤とカチオン性高分子が組成物中に並存しないと、すすぎ時に化粧用顔料粉体が洗い流されてしまい、皮膚の外観を変化させる効果が得られない。すなわちカチオン性高分子は、アニオン性界面活性剤の洗浄作用を損なわずに共存して溶解状態が安定した洗浄性組成

物を構成するが、すすぎ時には希釈によって溶解状態が変化することでアニオン性界面活性剤と複合体を形成して析出するか、カチオン性高分子自体が析出するか、洗浄で消費されなかった分のアニオン性界面活性剤を析出させる。そして、これらの析出物が化粧用顔料粉体を同伴するため、化粧用顔料粉体は当該析出物を介して洗浄部分の皮膚表面に付着、残留し、外観を変化させる。

【 0 0 1 5 】

本発明において使用できるカチオン性高分子としては、化粧持続性を向上させる点からは、皮膚に付着性を有する複合体を形成しやすいアニオン性界面活性剤とカチオン性高分子の組み合わせとなるように選択することが好ましい。例えば、ジメチルジアリルアンモニウムクロリドのホモポリマー、又は、それと（メタ）アクリル酸、（メタ）アクリル酸エステル、（メタ）アクリルアミド等、他の共重合成成分とのコポリマー（商品名：マーコート 1 0 0、同 2 8 0、同 5 5 0、同 3 3 3 0、同 3 3 3 1；カルゴン製）、カチオン化セルロース、カチオン化グアガムが、先に挙げたアニオン性界面活性剤との組み合わせで皮膚に付着性を有する複合体を形成しやすい点、及び処方組成中に溶解しやすい点から好ましい。具体的には、ジメチルジアリルアンモニウムクロリドのホモポリマー（商品名：マーコート 1 0 0；カルゴン製）、ジメチルジアリルアンモニウムクロリドとアクリルアミドのコポリマー（商品名：マーコート 5 5 0；カルゴン製）、カチオン化セルロース（商品名：ポイズ C - 8 0 M；花王（株）製）、ヒドロキシプロピルトリメチルアンモニウムグアガム（商品名：J R - 1 2 5；ユニオンカーバイド製、ラボールガム C G - M；大日本製薬（株）製）等を例示できる。

【 0 0 1 6 】

本発明において使用されるカチオン性高分子のカチオン電荷密度は、皮膚に付着性を有する複合体を形成しやすい点から、0. 0 0 0 1 以上が好ましく、特に 0. 0 1 ~ 0. 1 が好ましい。ここで、カチオン電荷密度とは、ポリマーを構成するモノマーユニットの分子量に対する該モノマーユニット上のカチオン電荷数の比をいう。

【 0 0 1 7 】

また、本発明において使用されるカチオン性高分子の分子量は、皮膚への残留

性及び洗浄後の皮膚感触の点から、1万～1000万が好ましく、特に10万～100万が好ましい。ここで、分子量とは、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（GPC）により測定（測定条件：テトラヒドロフラン溶離液、ポリスチレン標準、測定機：例えば、島津製作所製LC-2010）した、重量平均分子量である。

【0018】

カチオン性高分子の含有量は、通常、皮膚洗浄剤組成物の全重量に対して0.5重量%～20重量%とし、十分な粉体残留効果を得る点から1重量%以上、特に2重量%以上とすることが好ましく、粉体残留効果以外の点から他成分との量的バランスを考慮し、15重量%以下、特に10重量%以下とすることが好ましい。

【0019】

本発明において化粧用顔料粉体とは、皮膚の表面に付着することで、その外観（例えば、色、光沢、質感等）を変化させる粉体であって、皮膚に対する安全性が許容範囲にあるものをいい、体質顔料、着色顔料、及びパール光沢顔料が包含される。具体的には、マイカ、タルク、カオリン、セリサイト、炭酸カルシウム、窒化ホウ素、無水ケイ酸、硫酸バリウム等の体質顔料；酸化チタン、酸化亜鉛、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、群青、紺青、カーボンプラック等の着色顔料；オキシ塩化ビスマス、雲母チタン等のパール光沢顔料；これらの粉体をシリコーン、レシチン、フッ素化合物、金属石鹸、ラウロイルリジン、シランカップリング剤等の疎水化処理剤で表面を疎水化処理した粉体；これらの粉体を複数種複合化させた粉体等を例示できる。また、これらの粉体とナイロン、PMMA等の有機高分子粉体を組み合わせて用いても良い。

【0020】

これらの中でも、マイカ、タルク、雲母チタン及びそれらの表面処理粉体等の板状粉体は、本発明において特に好適に用いられ、特に、つや感、なめらかな仕上がりを提供する効果に優れる。

【0021】

化粧用顔料粉体の表面は、未処理でも、疎水化処理又は親水化処理が施されて

も良い。ただし、化粧効果の持続性を高める点から、上記したような疎水化処理が施されていることが好ましい。

【 0 0 2 2 】

化粧用顔料粉体の平均粒子径は、レーザー回折／散乱法により測定し、光の散乱強度、優れた着色力、シミ等を隠す隠ぺい力、皮膚洗浄剤組成物の安定性等の点から、 $0.1\mu\text{m}\sim 100\mu\text{m}$ とするのが好ましく、 $1\mu\text{m}\sim 50\mu\text{m}$ とするのが更に好ましい。

【 0 0 2 3 】

化粧用顔料粉体の含有量は、通常、皮膚洗浄剤組成物の全重量に対して0.1重量%～20重量%とし、十分な粉体濃度を得る点から1重量%以上、特に2重量%以上とすることが好ましく、粉体濃度以外の点から他成分との量的バランスを考慮し、15重量%以下、特に10重量%以下とすることが好ましい。

【 0 0 2 4 】

本発明に係る皮膚洗浄剤組成物に油性成分を配合する場合には、当該油性成分を水中油型の分散形態となるように用いても良い。皮膚洗浄剤組成物に油性成分が配合されている場合には、粉体と共に油性成分も皮膚上に残留し、皮膚の感触や保湿等の付加的機能が発揮される。

【 0 0 2 5 】

油性成分としては、例えば、炭化水素油、高級脂肪酸、高級アルコール、エステル油、シリコーン油、フッ素油剤等の液体油又は固体脂を例示できる。

【 0 0 2 6 】

その他にもフッ素樹脂、シリコーン樹脂、芳香族系炭化水素樹脂、テルペン樹脂、ポリブテン樹脂、ポリイソブレン、アルキド樹脂、ポリビニルピロリドン系樹脂等の油溶性樹脂を皮膚洗浄剤組成物に含有させても良い。

【 0 0 2 7 】

本発明に係る皮膚洗浄剤組成物には、その他にも目的に応じて、アニオン性以外の界面活性剤、紫外線吸収剤、紫外線防御粉体（外観変化を起こさない微粒子の酸化チタン、酸化亜鉛等）、化粧持続性向上剤（含フッ素油、酸化亜鉛等）、香料、保湿剤、抗ニキビ剤、酸化防止剤、抗フリーラジカル剤、乳白剤、安定剤

、エモリエント剤、ヒドロキシ酸、発泡防止剤、ビタミン類、セラミド類、防腐剤、金属イオン封鎖剤、無機塩、その他化粧料に一般的に用いられる薬剤、あるいはエタノールのような有機溶媒物質や揮発性成分等を含むことができる。

【 0 0 2 8 】

本発明に係る皮膚洗浄剤組成物は、アニオン性界面活性剤、カチオン性高分子及び化粧用顔料粉体、及び必要に応じて他の成分を秤量し、水又は水を主体としアルコール等の他の水溶性溶剤を含む水性媒体に任意の順序で混合及び攪拌することにより調製できる。

【 0 0 2 9 】

アニオン性界面活性剤及びカチオン性高分子の配合量は、十分な洗浄効果や粉体残留効果が得られると共に、これら両成分がいずれも安定な溶解状態を保ったまま共存できる濃度及び混合比に調節することが好ましい。また、混合、溶解の順序は、アニオン性界面活性剤及びカチオン性高分子の安定な溶解状態が得られる限り特に制限されない。

【 0 0 3 0 】

このようにして得られる本発明の皮膚洗浄剤組成物は、調製後の保存時はアニオン性界面活性剤とカチオン性高分子が両成分の良好なバランスによって安定な溶解状態のまま共存している。この適量を外観を美しくしたい部分の皮膚に塗布し、通常の洗浄剤と同じように塗布部分をマッサージする（すなわち、軽く圧迫しながら又は揉むようにしながら擦る）と、皮膚の汚れが落ちる。

【 0 0 3 1 】

次いで、同じ部分に皮膚洗浄剤組成物が流れ去らない程度の適量の水を加えてマッサージを続けると、皮膚洗浄剤組成物が水で希釈されてアニオン性界面活性剤とカチオン性高分子の溶解安定性を保っていた系のバランスが崩れ、アニオン性界面活性剤とカチオン性高分子の複合体、又は、アニオン性界面活性剤、又は、カチオン性高分子のいずれか一つ以上が析出し、この析出物によって化粧用顔料粉体が洗浄部分の皮膚表面に付着する。その後、さらに多量の水を加えて洗浄部分をすすぐと皮膚の汚れは除去され、化粧用顔料粉体が残留するので皮膚の外観を美しく変化させ又は調整することができる。

【 0 0 3 2 】

しかも、本発明の皮膚洗浄剤組成物を用いて洗浄した後に残留する化粧用顔料粉体は、すすいで乾燥した後も皮膚表面から脱落、剥落しないため、化粧用顔料粉体による化粧効果及び化粧持続性が得られる。また、本発明に係る洗浄剤組成物は、化粧用顔料粉体を、その種類を問わず、1種のみを単独で又は2種以上を組み合わせて、任意の量を配合することが可能なため、洗浄後の皮膚の外観を様々な状態に、且つ、きめ細やかに制御することが可能である。

【 0 0 3 3 】

本発明に係る皮膚洗浄剤組成物は、皮膚の外観を、例えば白さ、黒さ又は赤みを増すというように色調を変化させたり、或いは、均一又はラメ状に光沢を変化させたり、その他、様々な状態に変化させることが出来る。また、本発明に係る皮膚洗浄剤組成物は、顕著なメイクアップ効果を狙うのではなく、洗浄を施した皮膚の下地を整える程度に皮膚の外観を調節することもできる。

【 0 0 3 4 】

従って、本発明に係る皮膚洗浄剤組成物により得られる外観の変化を、常に固有のパラメータで定量的に評価することは困難であるが、色差 (ΔE) の測定により定量的な評価を行うことが可能である。

【 0 0 3 5 】

本発明に係る皮膚洗浄剤組成物が、主に皮膚の色調を変化させることを目的とする場合には、人前腕内側表面の直径 (ϕ) 25 mm の円形部分に、皮膚洗浄剤組成物を化粧料顔料粉体換算量 1 mg を塗布し、指で 10 回マッサージし、水を加えてさらに 10 回マッサージしながらすすぎ、皮膚洗浄剤組成物を塗布する前と洗浄後の色値を測定し、塗布面の色差 (ΔE) を求める (直接法)。得られた色差が 2 以上、更には 3 以上であることが、皮膚の外観を変化させる点から好ましい。

【 0 0 3 6 】

ここで、色差 (ΔE) とは、CIE 1976 ($L^*a^*b^*$) 表色系による色彩表示で測定した2つの色値、 $L_1 a_1 b_1$ (洗浄前) と $L_2 a_2 b_2$ (洗浄後) の差であり、下記式により算出される。なお、 $L^*a^*b^*$ 表色系による色値は、市販の

測色計（例えば、ミノルタ製CR-200）で測定することができる。

<色差 ΔE の計算式>

$$\Delta E = \{ (L_1 - L_2)^2 + (a_1 - a_2)^2 + (b_1 - b_2)^2 \}^{1/2}$$

また、本発明に係る皮膚洗浄剤組成物が、皮膚の光沢、均一性など主に色調以外の視覚的要素を変化させることを目的とする場合には、その皮膚洗浄剤組成物に一定量の酸化チタン又はベンガラをマーカーとして添加して得られる色差（ ΔE ）によって間接的に外観変化の定量的評価を行なってもよい。この場合、皮膚洗浄剤組成物にマーカーとして酸化チタン又はベンガラを5重量%の割合で添加、分散してマーカー入り評価試料を調製する。そして、人前腕内側表面の $\phi 25$ mmの円形部分に、この評価試料をマーカー換算量1 mgを塗布し、指で10回マッサージし、水を加えてさらに10回マッサージしながらすすぎ、マーカー入り評価試料を塗布する前と洗浄後の色値を測定し、塗布面の色差（ ΔE ）を求める（マーカー法）。マーカーとして酸化チタン及びベンガラの2種を選択的に用いるのは、評価対象となる皮膚洗浄剤組成物による色彩効果は様々であり、マーカーの色彩を相殺する場合があるため、マーカーを一種のみ特定することが困難だからである。また、本発明においてマーカーとして酸化チタン及びベンガラを特定したのは、この2種類を用いれば、少なくとも一方のマーカーは色彩効果が相殺されず、且つ、いずれも入手が容易であることから、粉体残留効果の適切な指標になり得ると考えられるからである。

【0037】

マーカー法により粉体の残留効果を評価する場合には、酸化チタン又はベンガラを添加した評価試料のうち少なくとも一方により得られる洗浄前後の色差（ ΔE ）が5以上、更には10以上であることが、皮膚の外観を変化させ美しくする点から好ましい。

【0038】

【実施例】

（実施例1～14）

表1に示す割合に従ってアニオン性界面活性剤、カチオン性高分子を秤量し、水中に添加して、50℃で充分攪拌し、均一な透明溶液とした。この透明溶液に

所定の化粧用顔料をさらに添加、攪拌、分散させて、皮膚洗浄剤組成物を得た。
この皮膚洗浄剤組成物を用いて粉体の残留性を評価した。

【 0 0 3 9 】

また、各例において、化粧用顔料粉体を添加する前の界面活性剤－ポリマー溶液について、希釈時の析出及び洗浄力を評価した。

【 0 0 4 0 】

(比較例 1 ～ 9)

表 2 に示す割合に従って、アニオン性又はカチオン性界面活性剤、カチオン性又はアニオン性高分子及び化粧用顔料を秤量し、実施例 1 と同様の手順で皮膚洗浄剤組成物、及び、化粧用顔料粉体を含まない界面活性剤－ポリマー溶液の評価を行った。

【 0 0 4 1 】

なお、使用した材料の由来を以下に示す。

- * 1 モノアルキルリン酸エステル塩：商品名 M A P 2 0 H、花王（株）製
- * 2 ラウリン酸カリウム：関東化学製
- * 3 ラウリルエーテル硫酸ナトリウム：商品名エマール 2 2 7 C、花王（株）製
- * 4 N－ヤシ油脂肪酸アシル L－グルタミン酸カリウム：商品名アミソフト C K 1 1、味の素（株）製
- * 5 ジメチルジアリルアンモニウムクロリドのホモポリマー：商品名マーコート 1 0 0（重量平均分子量約 1 5 万、カチオン電荷密度 0. 0 0 6）、カルゴン製
- * 6 カチオン化セルロース：商品名ポイズ C－8 0 M（重量平均分子量約 8 0 万、カチオン電荷密度 0. 3）、花王（株）製
- * 7 カチオン化グアガム：商品名 J R－1 2 5（重量平均分子量約 2 5 万、カチオン電荷密度 0. 4）、ユニオンカーバイド製
- * 8 酸化チタン：商品名タイペーク C R 5 0（平均粒子径 0. 2 ～ 0. 3 μ m）、石原産業製
- * 9 マイカ：商品名マイカ Y－2 3 0 0（平均粒子径 1 8 μ m）、山口雲母製

* 1 0 タルク：商品名タルクMMR（平均粒子径4.4 μ m以下）、浅田製粉製

* 1 1 ポリメチルメタクリレート（PMMA）粒子：商品名マイクロスフェアMP-2200（平均粒子径0.4 μ m）、松本油脂製

* 1 2 ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド：商品名コータミン24P、花王（株）製

* 1 3 ポリエチレンオキサイド：商品名アルコックスE-100、明和化学製

* 1 4 アルギン酸ナトリウム（500～600 c p）：和光純薬製

【0042】

【表 1】

表 1

実施例 No.		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17
組成 (wt%)																		
界面活性剤	MAP *1	20	20	20	20	20	20									20	20	2
	アクリン酸 K *2							15	15	15	15							
	ラウリルエーテル硫酸 Na *3											15	20	20				
	N-オリーブ脂肪酸アシル L-グルタミン酸 K *4														20			
高分子	ジ・オクチル・アクリルアミンクロライドのホリマー *5	5	5	5	5	5		5	5			4			5	0.1	5	5
	カチオン化セロース *6					5				6			5					
	カチオン化アガム *7						5				5			5				
	酸化チタン *8	0.1			2			2								2	0.05	2
化粧用顔料 粉体	マカ *9		10			10	10		10	10	10	10	10	10	10			
	タルク *10			10														
	PMMA 粒子 *11				4													
	精製水	バ ラ ヲ ス																
評 価																		
希釈時の析出		有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	有	無	有	無
皮膚洗浄力		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△
粉体残留性 (直接法)		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	△
粉体残留性 (マーカール法)		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	△	△	△

【0043】

【表 2】

表 2

比較例 No.		1	2	3	4	5	6
組成 (wt%)							
アニオン性界面活性剤	MAP *1	20		20	20	20	
	ラウリン酸 K *2						
	ラウリルエーテル硫酸 Na *3						
カチオン性界面活性剤	ラウリルトリメチルアミンモニウムクロライド *12						20
カチオン性高分子	ジメチルジアリルアミンモニウムクロライド *5	5	5				5
	カチオン化セロース *6						
	カチオン化グアガム *7						
非イオン性高分子	ホリエチレンオキサイド *13				5		
アニオン性高分子	アルギン酸 Na *14					5	
	酸化チタン *8	2	2		2	2	2
化粧品顔料粉体	マイカ *9						
	タルク *10						
	PMMA 粒子 *11						
	精製水	バ ラ ン ス					
評 価							
希釈時の析出		無	無	有	無	無	無
皮膚洗浄力		○	×	○	○	○	○
粉体残留性 (直接法)		×	×	×	×	×	×
粉体残留性 (マーカール法)		×	×	○	×	×	×

【0 0 4 4】

(評価)

各実施例及び比較例で得られた組成物について、下記の手順により希釈時の析出性、洗浄力、粉体の残留性を評価した。評価結果は表 1 及び表 2 に示す。

【0 0 4 5】

(1) 希釈時の析出性

各実施例及び比較例で得られた界面活性剤-ポリマー溶液 2 g を、イオン交換水で 5 倍に希釈し、5 分間攪拌した。このサンプルを 5 分間静置した後に観察し、目視により析出物の有無を判定した。判定基準は次の通りである。

- ・ 無：無色透明の一相溶液である。
- ・ 有：無色透明の一相溶液以外の状態（例えば白濁、2相分離、沈殿生成等）に変化した。

【 0 0 4 6 】

（2）洗浄力

カーボンブラック（三菱化学）を分散した下記組成のモデル皮脂を調製し、その 2 0 m g をヒト前腕内側に塗布し、φ 2 5 m m の円となる大きさに広げ、この塗布部分に各実施例及び比較例で得られた界面活性剤－ポリマー溶液を 3 0 m g 滴下し、2 0 回マッサージ洗浄を行い、水道水ですすぎ、風乾した。

【 0 0 4 7 】

【表 3】

表 3

モデル皮脂	スクアラン *15	9.0%	100重量部
	ミリスチルミリスレート *16	24.0%	
	コットンシードオイル *17	47.0%	
	コレステロール *18	2.0%	
	コレステロールパルミテート *19	2.0%	
	ラウリン酸 *20	0.2%	
	ミリスチン酸 *21	2.5%	
	パルミチン酸 *22	6.0%	
	ステアリン酸 *23	0.9%	
	オレイン酸 *24	6.4%	
洗浄マーカ	カーボンブラック *25		5重量部

【 0 0 4 8 】

なお、使用した材料の由来を以下に示す。

- * 1 5 スクアラン：和光純薬製
- * 1 6 ミリスチルミリスレート：商品名エキセパールMY-M、花王（株）製
- * 1 7 コットンシードオイル：関東化学製
- * 1 8 コレステロール：和光純薬製
- * 1 9 コレステロールパルミテート：東京化成製

- * 2 0 ラウリン酸：商品名ルナック L - 9 8、花王（株）製
- * 2 1 ミリスチン酸：商品名ルナック M Y - 9 8、花王（株）製
- * 2 2 パルミチン酸：商品名ルナック P - 9 5、花王（株）製
- * 2 3 ステアリン酸：商品名ルナック S - 9 8、花王（株）製
- * 2 4 オレイン酸：和光純薬製
- * 2 5 カーボンブラック：三菱化学（株）製

上記洗浄手順の処理前（モデル皮脂塗布前）、洗浄前（モデル皮脂塗布後）及び、洗浄後（すすぎ・風乾後）の各時点における腕の色度を、色彩色差計 C R - 2 0 0（ミノルタ）を用い、L a b 形式の色彩表示で測定した。そして、処理前の色度を基準値（ $L_{st} a_{st} b_{st}$ ）とし、洗浄前及び洗浄後各々の色度（L a b）との色差（ ΔE ）を次式から算出した。

<色差 ΔE の計算式>

$$\Delta E = \{ (L - L_{st})^2 + (a - a_{st})^2 + (b - b_{st})^2 \}^{1/2}$$

そして、処理前と洗浄前の色差と、処理前と洗浄後の色差より、次式に従ってモデル皮脂の洗浄率を算出し、下記基準に照らして評価した。

<洗浄率の計算式>

$$\text{洗浄率}(\%) = (1 - (\text{洗浄後の色差} / \text{洗浄前の色差})) \times 100$$

<洗浄力の評価基準>

洗浄率 < 7 0 % : ×

7 0 % ≤ 洗浄率 < 8 0 % : △

8 0 % ≤ 洗浄率 < 9 0 % : ○

9 0 % ≤ 洗浄率 : ◎

（３）粉体の残留性（直接法）

各実施例及び比較例で得られた皮膚洗浄剤組成物 3 0 m g をヒト前腕内側に滴下し、 ϕ 2 5 m m の円となる大きさに広げ、1 0 回マッサージ洗浄を行い、さらに水を加えて 1 0 回マッサージした後、水道水ですすいだ。洗浄前後の色差を上記洗浄力の評価と同様の方法で求め、下記基準に照らして評価した。

<粉体残留性（直接法）の評価基準>

ΔE < 1 : ×

$1 \leq \Delta E < 2 : \Delta$

$2 \leq \Delta E < 3 : \bigcirc$

$3 \leq \Delta E : \odot$

(4) 粉体の残留性 (マーカー法)

各実施例及び比較例で得られた皮膚洗浄剤組成物 100 重量部に酸化チタン (タイプーク CR50 ; 石原産業製) 5 重量部を添加、分散させた混合物を評価試料として用いた。この評価試料 30 mg をヒト前腕内側に滴下し、 $\phi 25$ mm の円となる大きさに広げ、10 回マッサージ洗浄を行い、さらに水を加えて 10 回マッサージした後、水道水ですすいだ。洗浄前後の色差を上記洗浄力の評価と同様の方法で求め、下記基準に照らして評価した。

<粉体残留性 (マーカー法) の評価基準>

$\Delta E < 2 : \times$

$2 \leq \Delta E < 5 : \Delta$

$5 \leq \Delta E < 10 : \bigcirc$

$10 \leq \Delta E : \odot$

【0049】

【発明の効果】

以上に述べたように、本発明に係る皮膚洗浄剤組成物は、皮膚洗浄力があり、皮脂汚れ等皮膚上の汚れを洗い落とすことができると共に、洗浄後の皮膚に、化粧効果を意図した粉体を残留させ、色彩、光沢、質感等の皮膚の外観を変化又は調整する機能を併せ持つ新しい種類の皮膚洗浄剤組成物である。

【0050】

しかもその皮膚の外観を制御する化粧用顔料粉体は脱落、剥落しないため、化粧持続性もある。

【0051】

皮膚洗浄と同時に皮膚の外観を美しくする化粧効果が得られるため、化粧時間の短縮効果もある。

【0052】

また、本発明に係る皮膚洗浄剤組成物は、任意の化粧用顔料粉体を任意の量配

合することが可能なため、洗浄後の皮膚の外観を様々な状態に、且つ、きめ細やかに制御することが可能である。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 皮膚洗浄力があり、皮脂汚れ等皮膚上の汚れを洗い落とすことができると共に、洗浄後の皮膚に、化粧効果を意図した粉体を残留させ、色彩、光沢、質感等の皮膚の外観を変化又は調整する機能を併せ持つ皮膚洗浄剤組成物を提供する。

【解決手段】 本発明の皮膚洗浄剤組成物は、アニオン性界面活性剤、カチオン性高分子及び化粧用顔料粉体を含有する。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日
[変更理由] 新規登録
住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
氏 名 花王株式会社
2. 変更年月日 2003年 4月18日
[変更理由] 名称変更
住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
氏 名 花王株式会社